

FR 98/02848



REC'D	25 JAN 1999
WIPO	PCT

09/582256

# BREVET D'INVENTION

EJ 11/1/00 #3  
amw

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## PRIORITY DOCUMENT

COPIE OFFICIELLE

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 07 DEC. 1998

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS Cédex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04  
Télécopie : 01 42 93 59 30

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**REQUÊTE EN DÉLIVRANCE**

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

Réservé à l'INPI

DATE DE REMISE DES PIÈCES

**24 DEC 1997**

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

**97 16518 -**

DÉPARTEMENT DE DÉPÔT

DATE DE DÉPÔT

**24 DEC. 1997**

2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle

☒ brevet d'invention

☐ demande divisionnaire

☐ certificat d'utilité

☐ transformation d'une demande de brevet européen

☐ demande initiale

☐ brevet d'invention

n° du pouvoir permanent

références du correspondant

téléphone

**B12923.3 PA**

**0153839400**

**DD 1722**

date

Établissement du rapport de recherche

☐ différé

☒ immédiat

Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance

☐ oui

☐ non

Titre de l'invention (200 caractères maximum)

**CAVITE LASER A DECLENCHEMENT PASSIF A POLARISATION CONTROLEE, MICROLASER  
COMPRENANT CETTE CAVITE, ET PROCEDE DE FABRICATION DE CE MICROLASER**

3 DEMANDEUR (S)

n° SIREN

code APE-NAF

Norm et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination

Forme juridique

**COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE  
Etablissement de Caractère Scientifique, Technique  
et Industriel**

Nationalité (s)

**Française**

Adresse (s) complète (s)

Pays

**31-33, rue de la Fédération  
75015 PARIS**

**FRANCE**

En cas d'insuffisance de place, poursuivre sur papier libre ☐

4 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs

☐ oui

☒ non

Si la réponse est non, fournir une désignation séparée

5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES

☐ requise pour la 1ère fois

☐ requise antérieurement au dépôt ; joindre copie de la décision d'admission

6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE

pays d'origine

numéro

date de dépôt

nature de la demande

7 DIVISIONS antérieures à la présente demande

n°

date

n°

date

8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE

(nom et qualité du signataire - n° d'inscription)

SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION

SIGNATURE APRES ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI

**P. AUDIER**

DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR

(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

DIVISION ADMINISTRATIVE DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Petersbourg B 12923.3/PA  
75800 Paris Cédex 08  
Tél. : 01 53 04 53 04 - Télécopie : 01 42 93 59 30

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

97 16518 du 24.12.1997

TITRE DE L'INVENTION :

CAVITE A DECLENCHEMENT PASSIF A POLARISATION CONTROLEE  
MICROLASER COMPRENANT CETTE CAVITE, ET PROCEDE DE FABRICATION  
DE CE MICROLASER.

LE(S) SOUSSIGNÉ(S)

P. AUDIER  
c/o BREVATOME  
25 rue de Ponthieu  
75008 PARIS

DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

Bernard FERRAND

115 rue du Plassarot  
38340 VOREPPE

Bernard CHAMBAZ

60, rue de la Liberté  
38180 SEYSSINS

Laurent FULBERT

56, avenue d'Haussez  
38500 VOIRON

Jean MARTY

3, rue des Alouettes  
38180 SEYSSINS.

FRANCE

NOTA : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire

PARIS LE 6 JANVIER 1998

P. AUDIER  
422-5/S002



CAVITE LASER A DECLENCHEMENT PASSIF A POLARISATION  
CONTROLEE, MICROLASER COMPRENANT CETTE CAVITE, ET  
PROCEDE DE FABRICATION DE CE MICROLASER

DESCRIPTION

5                   La présente invention a trait à une cavité  
laser à déclenchement passif par absorbant saturable et  
à polarisation contrôlée, et à un laser en particulier  
un microlaser comprenant ladite cavité et des moyens de  
pompage de cette cavité.

10                  L'invention concerne également un procédé  
de fabrication dudit microlaser.

                  Le domaine de l'invention peut de manière  
très générale être défini comme étant celui des lasers  
déclenchés et en particulier des microlasers déclenchés  
15                pompés par diode qui se développent très intensément  
aujourd'hui.

                  Un des avantages du microlaser réside dans  
sa structure en un empilement de multicouches. Le  
milieu actif laser est constitué par un matériau de  
20                faible épaisseur par exemple, entre 150-1 000  $\mu\text{m}$  et de  
petites dimensions (quelques  $\text{mm}^2$ ), sur lequel des  
miroirs diélectriques de cavité sont directement  
déposés. Ce milieu actif peut être pompé par une diode  
laser III-V qui est soit directement hybridée sur le  
25                microlaser, soit couplée à ce dernier par fibre  
optique. La possibilité d'une fabrication collective  
utilisant les moyens de la micro-électronique autorise  
une production de masse de ces microlasers à très  
faible coût.

30                Les microlasers ont de nombreuses  
applications, dans des domaines aussi variés que

l'industrie automobile, l'environnement,  
l'instrumentation scientifique, la télémétrie, etc...

Les microlasers connus ont, en général, une  
émission continue de quelques dizaines de mW de  
5 puissance. Cependant, la plupart des applications  
citées ci-dessus, nécessitent des puissances crêtes  
(puissance instantanée) de quelques kW délivrées  
pendant  $10^{-8}$  à  $10^{-9}$  secondes, avec une puissance moyenne  
de quelques dizaines de mW.

10 Dans les lasers solides, on peut obtenir de  
telles puissances crêtes élevées en les faisant  
fonctionner en mode pulsé à des fréquences variant  
entre  $10$  et  $10^4$  Hz. Pour cela, on utilise des procédés  
bien connus de déclenchement, par exemple par  
15 « Q-switch ».

De façon plus précise, déclencher une  
cavité laser consiste à rajouter dans celle-ci des  
pertes variables dans le temps qui vont empêcher  
l'effet laser pendant un certain temps, durant lequel  
20 l'énergie de pompage est stockée dans le niveau excité  
du matériau à gain. Ces pertes sont brusquement  
diminuées, à des moments précis, libérant ainsi  
l'énergie emmagasinée en un temps très court (« giant  
pulse » ou impulsion géante). On atteint ainsi une  
25 puissance crête élevée.

Dans le cas d'un déclenchement dit actif,  
la valeur des pertes est pilotée de façon externe par  
l'utilisateur (exemple : miroir de cavité tournant,  
acousto-optique ou électro-optique intracavité  
30 changeant soit le trajet du faisceau, soit son état de  
polarisation). La durée de stockage, l'instant  
d'ouverture de la cavité, ainsi que le taux de  
répétition peuvent être choisis indépendamment. En

contrepartie, cela nécessite une électronique adaptée et complique le système laser.

Un microlaser déclenché activement est décrit par exemple dans le document EP-A-724 316.

5                    Dans le cas d'un déclenchement dit passif, les pertes variables sont introduites dans la cavité sous forme d'un matériau (appelé Absorbant Saturable - A. S. -) qui est fortement absorbant (transmission  $T_{min}$ ) à la longueur d'onde laser, à  
10 faible densité de puissance, et qui devient pratiquement transparent (transmission  $T_{max}$ ) lorsque cette densité dépasse un certain seuil qu'on appelle intensité de saturation de l'A. S.

                  L'énorme avantage du déclenchement passif  
15 est qu'il ne nécessite aucune électronique de pilotage, et que donc les impulsions peuvent être générées sans intervention extérieure.

                  Pour ce type de fonctionnement, dit « déclenchement passif », l'utilisateur peut choisir,  
20 d'une part, la transmission minimum ( $T_{min}$ ) de l'absorbant saturable, afin de l'adapter au pompage disponible et, d'autre part, la cavité laser, par l'intermédiaire de la géométrie et de la transmission du miroir de sortie.

25                    Une fois ces paramètres fixés, le système a un point de fonctionnement caractérisé par la durée des impulsions (« pulses ») émises, la fréquence de répétition, et la puissance émise, ainsi que l'énergie par impulsion (« pulse »).

30                    Les caractéristiques telles que l'énergie et la durée de l'impulsion laser dépendent de celles de l'absorbant saturable et de l'oscillateur.

Par contre, la fréquence de répétition des impulsions est directement proportionnelle à la puissance de la diode laser de pompe. Le faisceau laser obtenu présente des caractéristiques presque parfaites: généralement monomode transverse et longitudinal, faisceau gaussien limité par la diffraction.

Les monocristaux utilisés comme absorbant saturable (A. S.) doivent donc présenter des caractéristiques bien précises qui sont obtenues par un contrôle très précis des substitutions et de l'épaisseur du matériau.

Les microlasers, actuellement fabriqués, tels que les microlasers déclenchés passivement comprennent généralement un milieu ou matériau actif solide qui peut être constitué d'un matériau de base choisi, par exemple parmi  $Y_3Al_5O_{12}$  (YAG),  $LaMgAl_{11}O_9$  (LMA),  $YVO_4$ ,  $Y_2SiO_5$ ,  $YLiF_4$  et  $GdVO_4$  dopés avec un élément tel que l'Erbium (Er), l'Ytterbium (Yb), le Néodyme (Nd), le Thulium (Tm), l'Holmium (Ho), ou codopés par un mélange de plusieurs de ces éléments, tels que Er et Yb, ou Tm et Ho.

Les microlasers fonctionnent à différentes longueurs d'ondes suivant leur substitution, ainsi leur longueur d'onde d'émission est autour de  $1,06 \mu m$ , lorsque la matière active est dopée par  $Nd^{3+}$ , autour de  $1,55 \mu m$ , lorsqu'elle est dopée par  $Er^{3+}$ ,  $Yb^{3+}$ , et autour de  $2 \mu m$ , lorsqu'elle est dopée par  $Tm^{3+}$  et  $Ho^{3+}$ .

Par ailleurs, des absorbants saturables connus contiennent des molécules organiques responsables de l'absorption. Ces matériaux, qui se présentent sous forme liquide ou plastique, sont très souvent de mauvaise qualité optique, vieillissent très vite et ont une mauvaise tenue au flux laser.



Des matériaux solides massifs sont aussi utilisés en tant qu'absorbants saturables. Par exemple pour les lasers émettant autour de  $1\text{ }\mu\text{m}$ , dont la matière active est constituée de YAG avec des ions actifs  $\text{Nd}^{3+}$  ou  $\text{Yb}^{3+}$ , on peut utiliser des cristaux de  $\text{LiF} : \text{F}_2$  comportant des centres colorés responsables du comportement d'absorbant saturable du matériau et qui ont une durée de vie limitée, ou bien encore certains cristaux massifs dopés au  $\text{Cr}^{4+}$  qui présentent une absorption saturable autour de  $1\text{ }\mu\text{m}$ .

Les absorbants saturables massifs présentent notamment l'inconvénient d'une concentration en ion absorbant limité, qui nécessite l'emploi d'une grande épaisseur de matériau.

Pour remédier aux problèmes posés par les absorbants saturables massifs, le document FR-A-2 712 743 décrit une cavité laser à milieu actif solide dans lequel l'absorbant saturable est réalisé sous la forme d'une couche mince monocristalline.

La forme de couche mince permet notamment de minimiser les pertes à l'intérieur de la cavité laser qui sont dues à la forme massive de l'absorbant saturable classique.

En outre, il est possible de déposer la couche mince sur des substrats de forme et de dimensions variées.

Enfin, la forme de couche mince permet également de réaliser un gain de place à l'intérieur de la cavité laser.

La couche mince est, dans ce document, réalisée de préférence par épitaxie en phase liquide. Une telle technique de dépôt permet notamment d'accéder à des concentrations en dopants plus élevées que les

procédés classiques de croissance de cristaux massifs, c'est-à-dire les procédés tels que Czochralski, Bridgman...

Elle permet également d'élaborer plus facilement des couches monocristallines dopées par différents ions. Par ailleurs, l'épitaxie en phase liquide (EPL) est le seul procédé classique qui permette d'obtenir des couches monocristallines d'épaisseurs importantes supérieures, par exemple à 100  $\mu\text{m}$ .

Dans ce document ainsi que dans le document EP-A-0 653 824, il est également décrit le dépôt par épitaxie en phase liquide de la couche mince d'absorbant saturable, directement sur le matériau actif laser jouant le rôle de substrat.

Pour cela, il faut que le matériau actif soit de même structure que le matériau absorbant saturable et que l'épitaxie en phase liquide de ce matériau soit réalisable.

A ce jour, seul  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  (YAG) remplit ces conditions.

Ainsi un microlaser (ou laser puce) classique déclenché passivement est constitué généralement d'un matériau actif laser par exemple en YAG : Nd qui est le milieu actif émetteur de lumière émettant à 1,06  $\mu\text{m}$ , sur lequel est épitaxiée une couche par exemple de YAG :  $\text{Cr}^{4+}$  plus ou moins épaisse et plus ou moins concentrée en  $\text{Cr}^{4+}$  suivant les performances dérivées.

Le procédé de fabrication d'un tel microlaser est décrit dans le brevet EP-A-0 653 824 déjà mentionné.

Après épitaxie de YAG :  $\text{Cr}^{4+}$  sur le substrat de YAG : Nd, une étape de polissage permet d'obtenir une lame ayant le parallélisme, la planéité et l'épaisseur voulus.

5 Les miroirs d'entrée et de sortie de la cavité laser, formés par un empilement de couches diélectriques, sont ensuite déposés sur les faces de la lame.

10 La lame est enfin découpée en microlasers élémentaires. Plusieurs centaines de microlasers peuvent ainsi être fabriqués de façon collective dans une seule lame.

Il est à noter que, dans tous les cas, le cristal émetteur YAG : Nd est orienté suivant l'axe [111], qui est l'axe de croissance normale des grenats, et qui permet d'obtenir un rendement laser maximum.

15 Le YAG:  $\text{Cr}^{4+}$  épitaxié a donc cette même orientation, le cristal émetteur en YAG : Nd jouant le rôle de substrat.

20 De ce fait et malgré tous les avantages qu'il présente, le procédé de fabrication classique de microlasers tel qu'il est décrit ci-dessus ne permet pas de contrôler la polarisation du faisceau des microlasers.

25 En effet, les microlasers fabriqués dans des cristaux orientés [111] ont une direction de polarisation qui dépend généralement des contraintes résiduelles engendrées par l'épitaxie. La direction de polarisation n'est pas constante sur toute la surface du substrat ou lame dans lequel les microlasers ont  
30 découpés.

Il existe cependant des méthodes pour fixer la polarisation du microlaser en appliquant une

contrainte sur une des faces latérales du microlaser. Mais dans ce cas, il faut prévoir un montage permettant d'appliquer une contrainte sur chaque microlaser élémentaire, ce qui est incompatible avec un procédé de  
5 fabrication collective.

Par ailleurs, dans les dispositifs classiques, des cristaux massifs de YAG :  $\text{Cr}^{4+}$  sont utilisés comme absorbants saturables et sont placés dans la cavité laser le plus près possible du cristal  
10 émetteur. Dans ce cas leurs dimensions sont de l'ordre de quelques millimètres et les cristaux de YAG :  $\text{Cr}^{4+}$  sont généralement orientés suivant l'axe cristallographique [100]. En effet, le maximum de saturation est obtenu lorsque le faisceau incident est  
15 polarisé parallèlement à un axe cristallographique du cristal. Les cavités laser ainsi obtenues ne présentent jamais un faisceau laser dont la polarisation peut être définie à l'avance. Il n'y a donc pas de possibilités de prévoir quelle sera la polarisation du faisceau émis  
20 avant de le tester.

Or l'obtention d'un faisceau polarisé linéairement est très importante dans de nombreuses applications comme l'optique non linéaire en général et le doublage de fréquence en particulier.

25 Dans l'état actuel de la technique, il n'est pas possible de fabriquer collectivement des microlasers doublés en fréquence. Le cristal non linéaire qui assure la conversion de fréquence doit être tourné en fonction de la polarisation du faisceau  
30 de chaque microlaser, sans connaissance a priori de la direction de polarisation du faisceau.

L'inhomogénéité de la polarisation du faisceau sur le substrat ne permet pas d'assembler le

substrat avec une lame de matériau non linéaire et de le découper ensuite pour fabriquer collectivement des microlasers doublés en fréquence.

Il existe donc un besoin non encore  
5 satisfait pour une cavité laser présentant une direction de polarisation parfaitement contrôlée, connue, et constante sur l'ensemble du substrat en particulier de la lame, jouant le rôle de matériau actif laser.

10 Il existe en outre un besoin pour une cavité laser et pour un microlaser ayant une direction de polarisation connue, et constante, et qui puissent être obtenues par un procédé éprouvé de fabrication collective sans avoir recours à d'autres étapes, ou  
15 utiliser des montages complexes.

Le but de l'invention est, entre autres, de répondre à ces besoins, et de fournir une cavité laser et un laser tel qu'un microlaser qui ne présentent pas les inconvénients, défauts et limitations des cavités  
20 lasers et des lasers, en particulier, des microlasers de l'art antérieur, et qui résolvent les problèmes de l'art antérieur.

Ce but, et d'autres encore, sont atteints, conformément à l'invention, par une cavité laser à  
25 polarisation contrôlée comprenant un substrat en matériau actif laser  $Y_3Al_5O_{12}$  (YAG) dopé ou non, sur lequel est déposé directement par épitaxie en phase liquide ou par un procédé analogue, une couche monocristalline de matériau absorbant saturable en YAG  
30 dopé, dans laquelle ledit matériau actif laser est orienté [100], et ladite couche monocristalline de matériau absorbant saturable est déposée suivant la même orientation [100].

Selon l'invention ladite couche monocristalline de matériau absorbant saturable en YAG dopé est obtenue par épitaxie en phase liquide (EPL) ou par un procédé analogue c'est-à-dire par un procédé permettant d'obtenir une couche ayant les mêmes caractéristiques qu'une couche obtenue par EPL, un tel procédé peut être par exemple un procédé de dépôt en phase vapeur ou un procédé de dépôt par ablation laser.

On peut alors, en d'autres termes, parler d'une couche susceptible d'être obtenue par épitaxie en phase liquide.

De préférence toutefois la couche monocristalline de matériau absorbant saturable est obtenue par épitaxie en phase liquide.

La cavité laser selon l'invention dans laquelle le substrat en matériau actif laser est orienté [100] se différencie fondamentalement des cavités de l'art antérieur dans lesquelles les substrats en matériau actif laser YAG sont orientés suivant la direction [111].

En effet, dans le cas notamment de plaques microlasers fabriquées à partir de substrats orientés [111] il apparaît que la direction de polarisation n'est jamais constante sur ces plaques quel que soit le type de pompage.

Au contraire, sur les plaques comprenant un substrat en matériau actif laser YAG orienté [100], selon l'invention, le faisceau peut être polarisé selon deux directions perpendiculaires privilégiées. Sur une telle plaque, selon l'invention, la direction de polarisation du faisceau laser est constante quel que soit la nature de la source de pompage.

Ainsi, si le pompage est fait avec une source non-polarisée la direction de polarisation du faisceau laser émis est constante, tandis que si le pompage est fait avec une source polarisée, la direction de polarisation du faisceau laser émis est également constante et selon l'une des deux directions privilégiées.

Le choix de l'une de ces directions dépend de la direction de polarisation du faisceau de pompe.

Dans tous les cas, la cavité laser selon l'invention, du fait de son orientation spécifique [100] présente une direction de polarisation constante et connue à l'avance pour des conditions de pompage données.

Selon l'invention, le faisceau du laser tel qu'un microlaser est obtenu directement polarisé, sans qu'aucune autre opération ou montage ne soit nécessaire, du seul fait du choix de l'orientation spécifique [100].

De ce fait, les cavités lasers selon l'invention peuvent être facilement fabriquées par un procédé de fabrication collective connu et éprouvé.

Le substrat est selon l'invention un substrat en matériau actif laser  $Y_3Al_5O_{12}$  (YAG) dopé ou non qui est orienté [100].

Le substrat et la couche monocristalline d'absorbant saturable, également orientée [100] sont donc de même structure cristallographique mais il est souvent nécessaire d'ajuster les paramètres de maille du substrat et/ou de la couche monocristalline. Cet ajustement se fait généralement à l'aide des dopants adéquates décrits plus loin dans le cadre de la description détaillée de la couche monocristalline,

lesdits dopants étant éventuellement ajoutés dans le bain d'épithaxie sous la forme d'oxyde(s).

Autrement dit, le substrat et la couche, qui comme on l'a déjà indiqué, sont de même structure  
5 au point de vue cristallographique, ne se différencient que par leurs différents dopants qui affectent par exemple les propriétés cristallines et/ou optiques de la couche et/ou du substrat, de préférence de la couche.

10 Selon l'invention, le substrat est un matériau actif laser YAG c'est-à-dire qu'il est dopé ou non, par un ou plusieurs ion(s) lui conférant des propriétés de matériau actif laser et choisi(s) par exemple parmi les ions Nd, Cr, Er, Yb, Ho, Tm, et Ce.

15 Notons au passage que la plupart des ions utilisés pour conférer au YAG des propriétés de matériau actif laser peuvent être ainsi utilisées pour rendre le YAG amplificateur.

Ainsi le YAG peut être dopé avec des ions  
20 actifs Nd (néodyme) ou Yb (Ytterbium) pour une émission autour de 1,06  $\mu\text{m}$ , avec des ions actifs Er (Erbium) pour une émission autour de 1,5  $\mu\text{m}$ , avec des ions actifs Ho (Holmium) ou Tm (Thullium) pour une émission à 2  $\mu\text{m}$ , le YAG peut également être codopé par des ions  
25 Er et Yb (Erbium-Ytterbium) pour une émission à 1,5  $\mu\text{m}$ , par des ions Tm et Ho (Thullium et Holmium) pour une émission à 2  $\mu\text{m}$ , ou par des ions Er, Yb, et Ce (Erbium, Ytterbium et Cérium) pour une émission à 1,5  $\mu\text{m}$ .

De préférence, le YAG est dopé au néodyme,  
30 ce matériau est le matériau laser solide le plus connu et le plus utilisé actuellement.



La proportion du ou des ions dopant(s) est généralement (en mole) de 0,1 à 10% pour chacun d'entre eux.

Selon une caractéristique fondamentale de l'invention, le substrat en matériau actif laser est spécifiquement orienté [100]. Pour obtenir une telle orientation on peut soit orienter un cristal tiré suivant la direction traditionnelle [111], soit tirer directement un cristal suivant l'orientation [100], ce qui est possible moyennant quelques adaptations des conditions de croissance.

La dimension et la forme du substrat , comme cela est décrit plus loin, sont variables. L'un des avantages de la technique d'épitaxie en phase liquide est précisément qu'elle permet de réaliser des couches d'excellente qualité, quelle que soit la forme, même complexe et la taille du substrat.

Le substrat peut être constitué soit d'un barreau laser classique, soit avantageusement selon l'invention d'un substrat microlaser qui est constitué d'une lame monocristalline d'une épaisseur par exemple de 500  $\mu\text{m}$  à 2 mm de préférence de 0,1 mm à 2 mm. De préférence cette lame est polie avec ses deux faces parallèles.

La couche monocristalline de matériau absorbant saturable en YAG, selon l'invention, présente une structure spécifique qui permet de garder la faisabilité d'un dispositif compact et d'une fabrication collective à bas coût.

Cette structure ne remet pas en cause les propriétés du matériau, mais au contraire permet de les améliorer par utilisation des phénomènes d'ondes guidées dans certains cas.

Les couches monocristallines de matériau absorbant saturable selon l'invention présentent, en outre, tous les avantages inhérents au procédé de croissance par épitaxie en phase liquide (EPL) par lequel elles sont obtenues ou susceptibles d'être obtenues. Ces avantages sont développés de manière plus approfondie dans le document de l'art antérieur cité ci-dessus.

En particulier, il est possible, par ce procédé d'EPL, d'obtenir, des dopages homogènes, par exemple en chrome, terres rares, en métaux de transition, ou en gallium.

Ce paramètre d'homogénéité est un paramètre essentiel lorsque l'on veut optimiser les performances optiques d'un dispositif.

Dans la technique d'épitaxie en phase liquide, selon l'invention, les couches sont réalisées à température constante dans la gamme définie plus loin et présentent, de ce fait, une bonne homogénéité de composition en volume.

Seuls l'interface et la surface de la couche peuvent être éventuellement perturbés, mais alors un léger polissage de la surface permet de s'affranchir de ce défaut.

De plus, l'épitaxie permet d'accéder à des concentrations en dopant beaucoup plus élevées que les procédés classiques de croissance de cristaux massifs, ce qui permet d'utiliser des couches de très faible épaisseur avec les avantages qui en découlent.

L'épitaxie en phase liquide offre, par ailleurs, la possibilité de réaliser des codopages par différents ions, en effet, il est souvent nécessaire d'utiliser plusieurs substitutions pour optimiser les

propriétés de la couche épitaxiée, telles que le paramètre de maille, l'indice de réfraction, l'absorption etc...

5 Par la technique d'épitaxie en phase liquide, il est possible de préparer des couches de compositions complexes à plusieurs cations.

La technique d'épitaxie en phase liquide permet un contrôle aisé de l'épaisseur de la couche déposée, celle-ci a, généralement, une épaisseur de 1 à 10 500  $\mu\text{m}$ , de préférence de 1 à 200  $\mu\text{m}$ , de préférence encore de 20 à 150  $\mu\text{m}$ , mieux de 50 à 100  $\mu\text{m}$ .

On parlera de « couches minces » pour des épaisseurs généralement de 1 à 150  $\mu\text{m}$ , de préférence de 1 à 100  $\mu\text{m}$ .

15 la vitesse de croissance étant généralement de l'ordre de 1  $\mu\text{m}/\text{mn}$  ; on peut relativement rapidement, c'est-à-dire en l'espace de quelques heures, préparer des couches ayant une épaisseur de 100  $\mu\text{m}$ .

20 Par couche monocristalline de matériau absorbant saturable en YAG dopé on entend un YAG ayant au moins une substitution par un ion lui conférant des propriétés d'absorbant saturable.

Ainsi le YAG peut-il être dopé par un ou 25 plusieurs ions dopants choisi(s) parmi les ions Chrome (Cr), Erbium (Er), Thullium (Tm) et Holmium (HO).

De préférence, ledit ion dopant est le chrome  $\text{Cr}^{4+}$ .

30 La proportion du ou des dopant(s) conférant au YAG ses propriétés d'absorbants saturable est généralement (en mole) de quelques %, par exemple de 1 à 10 % pour chacun des dopants.

Par ailleurs le YAG est généralement tout d'abord substitué par des ions  $Mg^{2+}$  de sorte que la substitution avec les ions actifs tels que les ions  $Cr^{4+}$  peut s'opérer sans compensation de charge.

5 C'est-à-dire que dans ce cas le YAG contient en définitive dans la couche autant de moles de  $Mg^{2+}$  que de moles de dopant en particulier de  $Cr^{4+}$ .

De même que l'épaisseur, le taux de dopage et la nature du dopant de la couche d'absorbant saturable sont adaptés au laser que l'on veut déclencher afin que la couche monocristalline d'absorbant saturable présente une absorption saturable convenable à la longueur d'onde d'émission du laser.

Par exemple, on choisira du  $Cr^{4+}$  pour un laser émettant à  $1,06 \mu m$ , du  $Er^{3+}$  pour un laser émettant à  $1,5 \mu m$  ou encore du Thullium (Tm) ou de l'Holmium (Ho) pour un laser émettant à  $2 \mu m$ .

De ce fait, à un ion actif laser du matériau actif laser correspondra préférentiellement un ion actif de la couche d'absorbant saturable.

Les couples suivants ion actif laser - ion absorbant saturable conviennent bien : Nd-Cr, Er-Er, Tm-Ho, Yb-Cr.

Selon l'invention le couple Nd-Cr est particulièrement préféré.

La couche monocristalline de matériau absorbant saturable orientée [100], ou le substrat, de préférence la couche, peuvent également comprendre (en outre) au moins un (autre) dopant ou substituant afin d'en modifier l'une ou l'autre de leurs propriétés, par exemple structurales et/ou optiques, telles que l'absorption, l'indice de réfraction et/ou le paramètre de maille.

Ces dopants sont choisis par exemple parmi le gallium et les terres rares non actives, telles que le lutécium, le gadolinium, l'yttrium ; par terres rares non actives on entend généralement des terres  
5 rares qui ne communiquent pas des propriétés telles que des propriétés d'émetteur laser, d'amplificateur ou d'AS au YAG.

On pourra ainsi en outre réaliser un codopage des couches avec du Gallium (Ga) et/ou une  
10 terre rare non active telle que l'yttrium (Y), et/ou le lutécium (Lu) et/ou le gadolinium.

Un codopage supplémentaire préféré est un codopage Gallium-Lutécium, dans lequel le gallium sert à adapter l'indice, le gallium élargissant par ailleurs  
15 la maille du réseau cristallin, cet élargissement est compensé par du Lutécium.

De manière classique la cavité laser comprend en outre un miroir d'entrée et un miroir de sortie. De préférence ces miroirs sont des miroirs  
20 dichroïques.

Le miroir d'entrée est déposée directement sur le substrat en matériau actif laser et le miroir de sortie est déposé directement sur la couche monocristalline de matériau absorbant saturable.

25 La cavité laser selon l'invention peut prendre plusieurs formes chacune correspondant à la forme que peut prendre le substrat en matériau actif laser, on pourra de nouveau à ce propos se reporter au document FR-A-2 712 743.

30 Ainsi dans le substrat peut-il être un barreau laser ; mais, de préférence, selon l'invention le substrat est un substrat microlaser constitué d'une

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

lame monocristalline, de préférence une lame à faces parallèles polie sur ses deux faces.

L'invention concerne également un procédé de fabrication collective de cavités microlasers déclenchées à polarisation contrôlée.

Ce procédé est sensiblement identique au procédé classique connu de fabrication de microlasers mais il s'en différencie fondamentalement par l'orientation spécifique [100] du substrat en matériau actif laser et de la couche monocristalline de matériau absorbant saturable.

Ce procédé comprend généralement donc les étapes suivantes :

- on fournit un substrat en matériau actif laser  $Y_3Al_5O_{12}$  (YAG) dopé ou non, orienté [100] sous la forme d'une lame à faces parallèles polie sur ses deux faces;

- on dépose sur l'une des faces dudit matériau actif laser  $Y_3Al_5O_{12}$  (YAG), une couche monocristalline de matériau absorbant saturable en YAG dopé, par épitaxie en phase liquide ou par un procédé analogue ;

- on polit la couche monocristalline d'absorbant saturable ainsi déposée ;

- on dépose les miroirs d'entrée et de sortie sur les deux faces polies de la cavité ;

- on découpe l'ensemble substrat-couche monocristalline-miroirs ainsi obtenu.

On obtient ainsi un grand nombre de cavités microlasers (ou microlasers) déclenchées, tous ces microlasers présentent des caractéristiques de polarisation connues et identiques ce qui diminue de ce fait fortement leur coût.



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



L'invention concerne enfin un laser de préférence un microlaser déclenché à polarisation contrôlé comprenant une cavité telle que décrite ci-dessus de préférence une cavité microlaser ainsi que  
5 des moyens de pompage de celle-ci.

De préférence ces moyens de pompage consistent en au moins une lampe ou une diode qui pompe la cavité selon une direction transversale ou longitudinale.

10 Le procédé selon l'invention du fait, de nouveau de l'orientation spécifique  $[1,0,0]$  du substrat et de la couche monocristalline, permet de fabriquer collectivement des microlasers ayant une direction de polarisation connue, ce qui n'avait jamais été réalisé  
15 dans l'art antérieur. En effet, le faisceau du microlaser est obtenu directement polarisé sans aucune autre opération ou montage ce qui est compatible avec un procédé de fabrication collective.

Par ailleurs, les performances du  
20 microlaser obtenues ne sont absolument pas dégradées, par rapport aux microlasers préparés avec des substrats et couches d'AS classiques orientés  $[111]$ . Ce maintien des performances malgré le choix inattendu d'une orientation différente constitue l'un des effets et  
25 avantages inattendus de l'invention.

Les performances n'étant pas dégradées permettent de ce fait l'utilisation du microlaser selon l'invention dans de nombreuses applications telles que le doublage de fréquence. Il n'est pas nécessaire de  
30 tester individuellement chaque microlaser ou d'utiliser un moyen externe pour déterminer la direction de polarisation puisque tous les microlasers ont des caractéristiques de polarisation connues et identiques.

Outre, la réalisation en particulier de microlasers verts impulsionnels de façon collective, l'invention trouve son application de manière générale dans tous les domaines de l'optique non linéaire et dans tous les cas où un faisceau impulsional polarisé linéairement est nécessaire, comme par exemple le 5 doublage de fréquence, la conversion de fréquence tels que le triplage, le quadruplage etc..., et l'oscillation paramétrique optique (OPO).

10 Les caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront mieux à la lecture de la description qui va suivre donnée à titre purement illustratif et non limitatif.

Ainsi, de manière plus précise, le procédé 15 de l'invention comprend tout d'abord, généralement, une première étape de choix et de préparation du substrat.

Comme mentionné plus haut, le substrat peut être tout substrat sur lequel peut être déposé une couche par exemple une couche mince de YAG, par la 20 technique d'épitaxie en phase liquide, à la condition essentielle dans l'invention, que le matériau dudit substrat soit orienté [100].

Ces substrats ont déjà été pour la plupart décrits ci-dessus.

25 Le type de laser à réaliser détermine l'ion ou les ions dopant(s) de la couche de YAG déposé, ainsi que le type de YAG utilisé pour le substrat.

Le mode de fonctionnement de ce laser détermine si le substrat doit être constitué d'un 30 matériau actif laser ou non, ainsi que sa forme et ses dimensions.

La dimension et la forme du substrat sont variables, l'un des avantages de la technique

d'épithaxie en phase liquide est précisément qu'elle permet de réaliser des couches d'excellente qualité, quelle que soit la forme, même complexe, et la taille du substrat.

5                   Le substrat peut, par exemple, être préparé à partir d'un lingot de YAG dopé ou non, d'un diamètre, par exemple, de 1'' à 2'' (inches), c'est-à-dire environ 25 à 50 mm, orienté [100].

10                   Pour obtenir une telle orientation au substrat, on peut, soit orienter un cristal tiré suivant la direction traditionnelle [111], soit tirer directement un cristal suivant l'orientation [100] ce qui est possible moyennant quelques adaptations des conditions de croissance : diminution de la vitesse de  
15                   tirage, augmentation du temps de refroidissement.

                  Quel que soit le mode de fabrication des cristaux orientés [100] ils peuvent de toute façon être facilement obtenus sur le marché.

20                   On découpe à partir de ce lingot des substrats, par exemple en forme de lames à faces parallèles à l'aide d'un instrument de coupe adéquate, par exemple à l'aide d'une scie à lame diamantée. Ces substrats en forme de lame peuvent avoir une épaisseur variable par exemple de 500  $\mu\text{m}$  à 2 mm.

25                   On procède ensuite au rodage et au polissage d'au moins une des faces du substrat. Le rodage a pour rôle :

- d'une part, d'enlever la couche d'écrouissage superficielle due à la découpe ;
- 30                   - d'autre part, éventuellement, de ramener l'épaisseur des lames à l'épaisseur voulue, par exemple dans le cas d'une application laser, cette épaisseur

est légèrement supérieure à la spécification du microlaser et est généralement de 100 à 1000  $\mu\text{m}$ .

En effet, l'épaisseur du milieu actif est un paramètre qui conditionne certaines caractéristiques du microlaser, telles que la largeur du spectre et le nombre de modes longitudinaux, notamment.

Les substrats, par exemple les lames rodées et, éventuellement, rapprochées de l'épaisseur voulue, sont ensuite polis avec une qualité optique.

Le polissage concerne au moins une des faces du substrat, mais pour certains types de fonctionnement, par exemple pour un laser guide d'ondes, le substrat peut présenter deux faces parallèles ayant cette qualité de poli.

On parle ainsi de substrat à une face polie, ou à deux faces polies.

Le polissage est réalisé par un procédé mécano-chimique afin que la ou les faces polie(s) soi(ent) exempte(s) de tout défaut (inclusion, dislocation, contrainte, rayure, etc.) qui se propagerait dans l'épaisseur de la couche lors de l'épitaxie. Cette qualité de polissage est contrôlée par une attaque chimique appropriée. Le procédé à mettre en oeuvre est sensiblement identique à celui mis au point pour les substrats utilisés dans les techniques classiques d'épitaxie.

Suite à la première étape, de choix et de préparation du substrat, on procède ensuite dans une deuxième étape à la préparation du bain d'épitaxie qui est une solution sursaturée formée d'un solvant et d'un soluté.

Selon l'invention, le bain d'épitaxie est préparé, tout d'abord, en pesant soigneusement un

mélange des oxydes  $PbO - B_2O_3$  - le mélange de ces deux oxydes formant le solvant -  $Y_2O_3$  et  $Al_2O_3$  qui forment le soluté.

Le ou les différent(s) dopant(s) est(sont) également, éventuellement, ajouté(s) sous forme d'oxyde(s), par exemple  $CrO_2$  et  $MgO$ , il est également parfois nécessaire, pour réaliser la compensation de charges éventuelle, d'ajouter un ou plusieurs autres oxydes tels que les oxydes des éléments cités plus haut.

La concentration en moles % des différents oxydes dans le bain d'épithaxie pour la préparation de YAG non dopé est en mole %, par exemple, de 0,5 à 0,7 mole % de  $Y_2O_3$ , de 1,5 à 2,5 mole % de  $Al_2O_3$ , de 80 à 90 mole % de  $PbO$ , et de 5 à 10 mole % de  $B_2O_3$ .

Le ou les oxydes du ou des dopant(s) lorsqu'il(s) est(sont) présent(s) est(sont) dans les proportions indiquées ci-dessus pour chacun d'entre eux c'est-à-dire par exemple 0,5 à 2,0 mole % de  $CrO_2$  et 0,5 à 2,0 mole % de  $MgO$ .

Un mélange typique est, à titre d'exemple, constitué de 14 g de  $Y_2O_3$ , 15 g de  $Al_2O_3$ , 6 g de  $MgO$ , 23 g de  $CrO_2$ , 1700 g de  $PbO$  et 45 g de  $B_2O_3$ .

Le mélange soluté, solvant est ensuite fondu dans un dispositif adéquat, par exemple dans un creuset en platine à une température, par exemple, de 900 à 1100°C, par exemple d'environ 1000°C pour former le bain d'épithaxie proprement dit. Le dispositif, tel qu'un creuset, est ensuite placé dans un dispositif classique permettant de réaliser une croissance cristalline par épithaxie en phase liquide.

Ce dispositif est, par exemple, un four d'épithaxie qui est, en particulier, un four à deux zones de chauffe, à gradient de température contrôlé.

De préférence, le substrat est animé d'un mouvement de rotation ou de translation uniforme, ou alterné permettant un dépôt d'une épaisseur homogène.

De même, le bain d'épithaxie peut être agité mécaniquement à l'aide d'un dispositif adéquat, tel qu'un agitateur en platine.

Une broche supportant l'agitateur, ou l'ensemble porte substrat-substrat permet de communiquer les mouvements voulus à l'un ou l'autre.

La troisième étape du procédé est l'étape d'épithaxie proprement dite.

Selon l'invention, l'opération d'épithaxie en phase liquide est réalisée à une température constante dans la plage de 1000°C à 1100°C, ce qui permet d'obtenir une concentration en dopant homogène dans l'épaisseur de la couche de YAG.

On commence, par exemple, à agiter mécaniquement le mélange liquide à une température légèrement supérieure à la température de croissance épithaxiale, par exemple, à environ 1150°C à l'aide du dispositif d'agitation déjà décrit plus haut, tel qu'un agitateur en platine. On abaisse ensuite la température du four jusqu'à la température de trempe qui est, de préférence, encore de 1000 à 1100°C.

Le substrat, par exemple positionné horizontalement est ensuite mis en contact avec le bain d'épithaxie, les substrats à une face polie sont trempés en surface du bain alors que les substrats à deux faces polies sont immergés dans ce bain.

La durée de la mise en contact dépend de l'épaisseur désirée, cette épaisseur pouvant varier dans les plages déjà citées plus haut, c'est-à-dire de 1 à 500  $\mu\text{m}$ , par exemple 100  $\mu\text{m}$ . Les vitesses de croissance sont généralement de l'ordre de 0,5 (???) à 1  $\mu\text{m}/\text{mn}$  (???)

Selon l'invention et afin de tenir compte de la différence de comportement entre les substrats orientés [111] de l'art antérieur et les substrats orientés [100] mis en oeuvre dans l'invention, une adaptation des conditions de croissance est nécessaire car l'orientation [100] entraîne d'une part une augmentation de la vitesse de croissance et d'autre part une fragilité accrue des cristaux, la durée de la trempe ou durée de mise en contact est légèrement diminuée dans le procédé de l'invention et sera donc généralement diminué d'environ 1/4 de temps par rapport aux substrats orientés [111]

Par ailleurs et de nouveau pour prendre en considération la différence de comportement entre les substrats orientés [111] et [100] les phases de refroidissement sont particulièrement contrôlées pour diminuer au maximum les chocs thermiques : remontée lente du substrat hors du four à une vitesse de 10 mm par minute au lieu de 50 mm par minute.

A la sortie du bain d'épithaxie, le substrat et la (pour un substrat à une face) ou les couche(s) épithaxiées (pour un substrat à deux faces, avec une couche épithaxiée sur chaque face) subissent une opération destinée à éliminer le solvant. Par exemple, le substrat revêtu est soumis à un mouvement de rotation accélérée pour éjecter les restes de solvant.

Un nettoyage chimique, au moyen par exemple d'un acide tel que  $\text{HNO}_3$ , termine l'étape d'épitaxie.

Les étapes suivantes sont des étapes classiques analogues à celles mises en oeuvre pour la  
5 réalisation des microlasers orientés [1,1,1].

On effectue un polissage de la couche d'absorbant saturable afin notamment d'ajuster ses propriétés d'absorption. Ce polissage est généralement réalisé par attaque chimique par exemple dans de  
10 l'acide phosphorique ou par polissage mécano-chimique.

On dépose ensuite directement les miroirs d'entrée et de sortie de la cavité laser et l'on découpe l'ensemble formé par le substrat en forme de lame, la couche monocristalline de matériau absorbant  
15 saturable, et les miroirs, en un grand nombre de cavités microlasers sous la forme par exemple de parallélépipèdes généralement de  $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$  donc chacun constitue une cavité microlaser déclenché, à polarisation parfaitement contrôlée.

20 Il a été constaté que les performances des microlasers obtenus telles que l'énergie de la pulsation laser, sa durée, et sa fréquence de répétition, ne sont pas dégradées.



## REVENDICATIONS

1. Cavit  laser   polarisation contr l e  
comprenant un substrat en mat riau actif laser  $Y_3Al_5O_{12}$   
5 (YAG) dop  ou non, sur lequel est d pos  directement  
par  pitaxie en phase liquide ou par un proc d   
analogue, une couche monocristalline de mat riau  
absorbant saturable en YAG dop , dans laquelle ledit  
mat riau actif laser est orient  [100], et ladite  
10 couche monocristalline de mat riau absorbant saturable  
est d pos e suivant la m me orientation [100].

2. Cavit  laser selon la revendication 1  
dans laquelle ladite couche monocristalline de mat riau  
absorbant saturable dop  est obtenue par  pitaxie en  
15 phase liquide (EPL).

3. Cavit  selon l'une quelconque des  
revendications 1 et 2 dans laquelle le substrat est un  
mat riau actif laser YAG dop  par un ou plusieurs  
ion(s) dopant(s) lui conf rant des propri t s de  
20 mat riau actif laser choisis parmi les ions Nd, Cr, Er,  
Yb, Ho, Tm, et Ce.

4. Cavit  selon la revendication 3 dans  
laquelle ledit ion dopant est le N odyme (Nd).

5. Cavit  selon l'une quelconque des  
25 revendications 3   4 dans laquelle la proportion du ou  
des ion(s) dopant(s) est de 0,1   10 mole % pour chacun  
d'entre eux.

6. Cavit  laser selon l'une quelconque des  
revendications 1   5 dans laquelle la couche  
30 monocristalline de mat riau absorbant saturable est en  
YAG dop  par un ou plusieurs ion(s) dopant(s) choisi(s)  
parmi les ions Chrome (Cr), Erbium (Er), Thullium (Tm)  
et Holmium (Ho).

7. Cavit  laser selon la revendication 6  
35 dans laquelle ledit ion dopant est le chrome.

8. Cavité selon l'une quelconque des revendications 6 et 7 dans laquelle la proportion du ou des ion(s) dopant(s) est de 1 à 10 mole % pour chacun d'entre eux.

5 9. Cavité selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 dans laquelle la couche et/ou le substrat sont (en outre) dopé(s) par au moins un (autre) dopant ou substituant permettant de modifier leurs propriétés structurales et/ou optiques.

10 10. Cavité selon la revendication 9 dans laquelle ledit (autre) dopant est choisi parmi le gallium et les terres rares non actives.

15 11. Cavité selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 dans laquelle la couche monocristalline de matériau absorbant saturable a une épaisseur de 1 à 500  $\mu\text{m}$ .

20 12. Cavité selon la revendication 10 dans laquelle ladite couche monocristalline de matériau absorbant saturable est une couche mince d'une épaisseur de 1 à 150  $\mu\text{m}$ .

25 13. Cavité laser selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 qui comprend en outre un miroir d'entrée et un miroir de sortie, ledit miroir d'entrée étant déposé directement sur le substrat en matériau actif laser.

30 14. Cavité laser selon la revendication 12 dans laquelle le miroir de sortie est déposé directement sur la couche monocristalline de matériau absorbant saturable.

15. Procédé de fabrication collective de cavités microlasers déclenchées à polarisation contrôlée comprenant les étapes suivantes :

- on fournit un substrat en matériau actif laser  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  (YAG) dopé ou non, orienté [100] sous la

forme d'une lame à faces parallèles polie sur ses deux faces;

5                   - on dépose sur l'une des faces dudit matériau actif laser  $Y_3Al_5O_{12}$  (YAG), une couche monocristalline de matériau absorbant saturable en YAG dopé, par épitaxie en phase liquide ou par un procédé analogue ;

10                   - on polit la couche monocristalline d'absorbant saturable ainsi déposée ;

                  - on dépose les miroirs d'entrée et de sortie sur les deux faces polies de la cavité ;

                  - on découpe l'ensemble substrat-couche monocristalline-miroirs ainsi obtenu.

15                   16. Laser déclenché à polarisation contrôlée comprenant une cavité selon l'une quelconque des revendications 1 à 14 ainsi que des moyens de pompage de cette cavité.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**